



U.S. Appl: 10/075,213
Filed 2/13/2002
File: F15026US CNT

⑮ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENTAMT**

⑫ **Off nl gungsschrift**
⑩ **DE 40 16 076 A 1**

⑳ Aktenzeichen: P 40 16 076.9
㉑ Anmeldetag: 18. 5. 90
㉒ Offenlegungstag: 22. 8. 91

㉓ Int. Cl.³:
B 01 J 19/10
C 07 B 61/00
// A61L 2/02, C12N
1/06, A23C 3/00

DE 40 16 076 A 1

Mit Einverständnis des Anmelders offengelegte Anmeldung gemäß § 31 Abs. 2 Ziffer 1 PatG

㉔ **Anmelder:**
Boehringer Ingelheim KG, 6507 Ingelheim, DE

㉕ **Erfinder:**
Hilgers, Georg, Dipl.-Chem. Dr., 6507 Ingelheim, DE;
Hess, Joachim, Dipl.-Chem. Dr., 6530 Bingen, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- ㉖ **Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Durchführung sonochemischer Reaktionen**
- ㉗ Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung und Verfahren zur kontinuierlichen Durchführung ultraschallunterstützter Reaktionen.

DE 40 16 076 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung von chemischen Verbindungen unter Anwendung von Ultraschall.

Die Anwendung von Ultraschall in der chemischen Verfahrenstechnik ist an sich bekannt.

So kann die Wirkung von Reinigungsbädern in der Metalloberflächenbehandlung durch den Einsatz von Ultraschall erheblich gesteigert werden.

In der Biotechnologie werden Ultraschallquellen zum Zweck der Desinfektion benutzt. Hierbei werden in Wasser befindliche Zellen von Bakterien und Algen zerrissen. Milch kann zum Beispiel auf diesem Wege in wenigen Sekunden keimfrei gemacht werden.

Daneben läßt sich die Ölausbeute bei der Ölextraktion mit Hexan auf ca. 90% gegenüber 32% bei Nichtbestrahlung steigern [E. Henglein, Lexikon Chemische Technik, Verlag Chemie, Weinheim 1988, S. 615 und zit. Lit.].

Obwohl die Phänomene des Ultraschalls schon seit 1927 bekannt sind, ist der Einsatz von Ultraschall in der synthetischen organischen Chemie erst in jüngster Zeit zum Durchbruch gekommen, wofür die sprunghaft steigende Zahl von Publikationen mit dieser Thematik einen eindrucksvollen Beleg liefert [K. S. Suslick, *Ultrasound in Synthesis* in H. Scheffol (Ed.): *Modern Synthetic Methods* 4 (1986), Springer-Verlag, Berlin 1986; C. Einhorn und J. Einhorn, J.-L. Luche, *Sonochemistry — The Use of Ultrasonic Waves in Synthetic Organic Chemistry*, *Synthesis* (1989) 787; T. J. Mason, *Use of ultrasound in chemical synthesis*, *Ultrasonics* (1986) 245].

Während Ultraschallschwingungen anfangs lediglich dazu eingesetzt wurden, organische Moleküle zu spalten (Sonolyse) — beispielsweise um Polymere zu depolymerisieren — konnte in der Folgezeit die Anwendung von Ultraschall auf eine ganze Palette von — konstruktiven — organischen Synthesemethoden erfolgreich ausgedehnt werden.

Dabei wurde entdeckt, daß Ultraschallschwingungen nicht nur dazu verwendet werden können, um die Reaktionsgeschwindigkeit und/oder die Ausbeute des gewünschten Reaktionsproduktes zu steigern — was bei zahlreichen heterogenen Reaktionssystemen erfolgreich durchgeführt werden konnte — sondern, daß auch der Reaktionsverlauf mit dieser Methode nachhaltig beeinflusst werden kann.

Der Einsatz von Ultraschall bei chemischen Reaktionen ist grundsätzlich in homogenen als auch in heterogenen Systemen möglich.

In der Vergangenheit erlangte jedoch diese Art von Sonochemie für heterogene Systeme eine vergleichsweise deutlich höhere Bedeutung als für homogene Systeme.

Bei den heterogenen Systemen wird zwischen flüssig/flüssig-Systemen und fest/flüssig-Systemen unterschieden.

Letztere Gruppe kann noch einmal unterteilt werden, in Reaktionen die unter Beteiligung von Metallen bzw. Organometallverbindungen ablaufen (z. B. Grignard- oder Reformatzky-Reaktionen) und alle übrigen Reaktionstypen.

Aus der Vielzahl für die Sonochemie in Betracht kommenden Reaktionen seien die folgenden beispielhaft herausgegriffen:

1. Oxidationen und Reduktionen anorganischer Verbindungen in wässriger Lösung [K. S. Suslick,

Ultrasound in Synthesis in H. Scheffol (Ed.): *Modern Synthetic Methods*, 4 (1986), Springer-Verlag, Berlin 1986].

2. Reaktionen von Metallcarbonylen — insbesondere Ligandenaustausch-Reaktionen und Clusterbildungsreaktionen [K. S. Suslick, *J. Am. Chem. Soc.* 105 (1983) 5781].

3. Radikalische Fragmentierungen von organischen Verbindungen — wie z. B. Thymine, Uracil oder Cytosin in wässriger Lösung [R. E. Verrall et al., *Can. J. Chem.* 53 (1975) 2394; *ibid.* 58 (1980) 1909; *ibid.* 65 (1987) 1162].

4. Solvolyse von Halogenalkanen — wie z. B. von 2-Chlor-2-methylpropan- in wässriger alkoholischer Lösung [T. J. Mason et al., *Tetrahedron* 41 (22) (1985) 5201].

5. Zweiphasenverseifung von Estern [S. Moon et al., *Tetrahedron Lett.* 20 (1979) 3917; D. S. Kristol et al., *Tetrahedron Lett.* 22 (1981) 907] oder von Nitrilen [J. Elguero et al., *C. R. Acad. Sc. Paris*, II, 298 (1984) 877].

6. Synthese von Organometallverbindungen — beispielsweise Lithiumorganyle — in situ und deren Verwendung in Folgereaktionen — wie z. B. in der Barbier-Reaktion [J. L. Luche und J. C. Damiano, *J. Am. Chem. Soc.* 102 (1980) 7926; B. M. Trost und B. P. Coppola, *J. Am. Chem. Soc.* 104 (1982) 6879; J. L. Luche und J. Einhorn, *Tetrahedron Lett.* 27 (1986) 501].

7. Grignard-Reaktionen [W. Oppolzer und P. Schneider, *Tetrahedron Lett.* 25 (1984) 3305; J. L. Luche und J. C. Damiano, *J. Am. Chem. Soc.* 102 (1980) 7926], wobei eine Aktivierung selbst in feuchten Reaktionsmedien (Diethylether) möglich ist [J. D. Sprich und G. S. Lewandos, *Inorg. Chim. Acta* 76 (1982) 1241].

8. Reformatzky-Reaktionen [P. Boudjouk und B. H. Han, *US-PS* 44 76 870; *J. Org. Chem.* 47 (1982) 5030].

9. Darstellung von Dichlorcarbenen [S. L. Regen und A. Singh, *J. Org. Chem.* 47 (1982) 1587] und deren Einsatz in der sog. Simmons-Smith-Reaktion [O. Repic und S. Vogt, *Tetrahedron Lett.* 23 (1982) 2729].

10. Umsetzungen vom Typ der Clemmenson-Reduktion [P. Boudjouk, *Nachr. Chem. Techn. Lab.* 31 (1983) 798].

11. Lithierungen unter Verzicht der Anwendung von lithiumorganischen Verbindungen sowie in-situ-Darstellung von Butyllithium und Lithiumdiisopropylamid [J. L. Luche und J. Einhorn, *J. Org. Chem.* 52 (1987) 4124].

12. Reaktionen vom Typ der Bouveault-Blanc-Reaktion [J. L. Luche und J. Einhorn, *Tetrahedron Lett.* 27 (1986) 1791; *ibid.* 27 (1986) 1793; J. L. Luche et al., *ibid.* 23 (1982) 3361].

13. Reduktive Silylierungen von Dicarbonylverbindungen in Gegenwart von Metallen — wie z. B. Zink [P. Boudjouk und Jeung Ho So, *Synth. Commun.* 16 (1986) 775].

14. Darstellung von Organosilicium-Verbindungen aus den entsprechenden Dihalogensilanen [P. Boudjouk und B. H. Han, *US-PS* 44 76 870].

15. Umsetzungen vom Typ der Ullmann-Reaktion [T. J. Mason, *Ultrasonics* 24 (1986) 292].

16. Hydrierung von Alkenen und Alkinen [P. Boudjouk und B. H. Han *US-PS* 44 76 870] sowie reduktive Öffnung von Cyclopropanringen [P. Boudjouk

und B. H. Han, J. Catal. 79 (1983) 489].

17. Reduktionen vom Typ der Béchamp-Reduktion sowie Reduktionen von Nitrogruppen mittels des Systems $\text{Fe}/\text{N}_2\text{H}_4\text{H}_2\text{O}/\text{C}$ [B. H. Han et al., Bull. Korean Chem. Soc. 6 (1985) 320].

18. Hydrierung von Kohlenstoff-Kohlenstoff-Doppelbindungen mit Wasserstoff in Gegenwart eines Katalysators — wie z. B. Palladium.

19. Aldolkondensationen z. B. mittels Aluminiumoxyd [B. C. Barot et al., Synth. Commun. 14 (1984) 397].

20. Oxidationen von Alkoholen — beispielsweise mit Kaliumpermanganat [J. Yamawaki et al., Chem. Lett. 1983, 379].

21. Umwandlung von Amidin in Thioamide mittels Phosphorsulfiden — wie z. B. mit dimeren Disphosphorpentasulfid [S. Raucher und P. Klein, J. Org. Chem. 46 (1981) 3558].

22. Herstellung von aromatischen Acylcyaniden durch Umsetzung der entsprechenden Acylhalogenide mit Alkalicyaniden [T. Ando et al., Synthesis 1983, 637].

23. Herstellung von Alkimetallsuspensionen — z. B. für den Einsatz bei der Dieckmann-Cyclisierung [J. L. Luche et al., Tetrahedron Lett. 25 (1984) 753].

24. Herstellung von Alkenen auf der Basis der Wittig-Horner-Reaktion — z. B. in Gegenwart von Erdalkalimetall-Hydroxiden wie Bariumhydroxid [J. V. Sinisterra et al., J. Org. Chem. 52 (1987) 3875].

25. Herstellung von Zuckeracetalen [J. L. Luche und C. Einhorn, Carbohydr. Research 155 (1986) 258].

26. Reduktion von Arylhaliden mit komplexen Alkalialuminiumhydriden [P. Boudjouk und B. H. Han, Tetrahedron Lett. 23 (1982) 1643].

27. Darstellung von Trialkylboranen über die Zwischenstufe des entsprechenden Alkylaluminiumsesquibromids — beispielsweise die Herstellung von Triethylboran via Ethylaluminiumsesquibromid [Kou Fu Liou et al., J. Organomet. Chem. 294 (1985) 145].

28. Umsetzungen auf der Basis der Michael-Addition [K. Shibata, Chem. Letters 1987, 519].

29. N-Alkylierungen von Aminen [R. S. Davidson et al., Tetrahedron Lett. 24 (1983) 5907].

30. Umsetzungen auf der Basis der Cannizzaro-Reaktion [J. V. Sinisterra und A. Fuentes, Tetrahedron Lett. 27 (1986) 2967].

31. Strecker-Synthesen zur Darstellung von 2-Aminonitrilen [J. Menedez et al., Tetrahedron Lett. 27 (1986) 3285].

32. Hydrosilylierungen [P. Boudjouk und B. H. Han, Organometallics 2 (1983) 769].

33. Hydroalkylierungen [T. Kitazume und N. Ishikawa, J. Am. Chem. Soc. 107 (1985) 5186].

34. Cycloadditionen [G. Mehta und H. S. P. Rao, Synth. Commun. 15 (1985) 991].

35. Friedel-Crafts-Acylierungen [B. M. Trost und B. P. Coppola, J. Am. Chem. Soc. 104 (1982) 6879; P. Boudjouk et al., Synth. Commun. 16 (1986) 401].

Obschon die angeführten Reaktionen einen nachhaltigen Eindruck von der großen Anwendungsbreite der mit Ultraschall unterstützten Reaktionen vermitteln, sind nur wenige — speziell für derartige Umsetzungen ausgelegte — Apparate entwickelt worden. So gelangen meist handelsübliche Ultraschall-Reinigungsbäder zum Einsatz. Der Einsatz einer Reaktionsapparatur in einem

vergrößerten Labormaßstab ist aus der Literatur erst in einem Fall (Simmons-Smith-Reaktion) bekannt [O. Repic et al., Org. Preps and Procedures Int. 16 (1984) 25]. Zur Durchführung dieser Reaktion im 22-Liter-Maßstab wird jedoch ein Ultraschallbad mit einem Fassungsvermögen von 220 l benötigt!

Im allgemeinen existieren zwei prinzipiell verschiedene Möglichkeiten, dem Reaktionssystem Energie in Form von Ultraschall zuzuführen:

a) Das Reaktionsgefäß wird in eine Flüssigkeit getaucht — in der Regel Wasser —, welche ihrerseits beschallt wird, wie es z. B. bei den erwähnten Reinigungsbadern der Fall ist.

b) Eine Ultraschallsonde wird innerhalb des Reaktionsmediums plziert. Die von der Ultraschallsonde ausgehenden Schwingungen werden über einen Resonator in die zu beschallende Substanz eingeleitet.

Unabhängig von der Wahl der Methode ist es notwendig, sowohl die Temperatur als auch die sog. Beschallungsintensität kontrollieren zu können.

Zur Wahl der Temperatur ist anzumerken, daß die Reaktionsgeschwindigkeit ultraschallunterstützter Reaktionen im allgemeinen mit steigender Temperatur abnimmt. Der Grund hierfür dürfte darin liegen, daß mit steigender Temperatur der Dampfdruck in den Hohlräumen ansteigt, so daß der Bläschenkollaps weniger energiereich abläuft als bei der Implosion hochevakuiert Hohlräume [s. a.: K. S. Suslick, die chemischen Wirkungen von Ultraschall in: Spektrum der Wissenschaft 1989, 60]. Aus diesem Grunde ist es vorteilhaft, auf diejenigen Lösungsmittel zurückzugreifen, welche einen möglichst geringen Dampfdruck besitzen.

Die Intensität der Beschallung hängt in erster Linie von der für den Einsatz vorgesehenen Reaktionsapparatur ab. Während die Leistungsdichte in einem Ultraschallbad lediglich im Bereich von ca. 0,1 bis 1 W/cm² liegt, können beim Einsatz von Ultraschallsonden Leistungsabgaben von 10–1000 W/cm² erzielt werden.

Ein weit geringerer Einfluß — im Vergleich zu den genannten Reaktionsparametern Beschallungsintensität und Reaktionstemperatur — kommt der Beschallungsfrequenz zu — so lange sie in einem die Kavitation bewirkenden Bereich liegt (ca. 1 kHz bis 1 MHz).

Neben der geringen Leistungsdichte, die in Ultraschallbädern erreicht werden kann, ist die Verwendung dieser Apparatur jedoch noch mit weiteren Nachteilen verbunden:

- eine wirksame Kontrolle der Bestrahlungsintensität ist nicht möglich;
- nur ein Teil der von der gesamten Bodenfläche des Bades abgestrahlten Energie gelangt in das Reaktionsgefäß;
- eine für die Energieübertragung günstige Positionierung des Reaktionsgefäßes ist schwierig (die sich im Bad bildenden stehenden Wellen weisen sog. Knoten auf — an diesen Stellen erfolgt keine Energieübertragung);
- eine Temperaturkontrolle ist schwierig — u. U. muß der gesamte Badinhalt zirkuliert werden;
- eine kontinuierliche Reaktionsführung führt zu keinen akzeptablen Umsatzresultaten; ein entsprechender Umbau der Apparatur wäre zusätzlich mit einem vergleichsweise hohen apparativen Aufwand verbunden;

— für größere Ansätze existieren keine handelsüblichen Ultraschallbäder.

Es ist die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, die genannten Nachteile zu überwinden und ein Verfahren sowie eine Reaktionsapparatur zur Verfügung zu stellen, das bzw. die es insbesondere ermöglicht, ultraschall-unterstützte Reaktionen kontinuierlich durchzuführen.

Es ist eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Reaktionsapparatur zur Verfügung zu stellen, die die Umsetzung über den Labormaßstab hinausgehender Größenordnungen an Reaktanden auf einfache Weise und unter Zuhilfenahme handelsüblicher Geräte erlaubt.

Erfindungsgemäß werden die vorstehenden Aufgaben dadurch gelöst, daß eine die Reaktanden enthaltende Reaktionsmischung bzw. -lösung kontinuierlich an einer schallwellenemittierenden Quelle vorbeigeführt und beschallt wird.

Für die Durchführung dieses Verfahrens eignet sich z. B. ein sogenannter Schlaufenreaktor, in dem eine die Reaktanden enthaltende Lösung an einer Ultraschallquelle, welche sich in einer entsprechend ausgestalteten Durchflußzelle befindet, kontinuierlich vorbeigeführt und beschallt wird.

Die vorstehend genannten Aufgaben werden beispielsweise durch die in Fig. 1 schematisch dargestellte Reaktionsapparatur gelöst. Verschiedenartige, andere und weitere Merkmale, Ausgestaltungen und dergleichen, die der vorliegenden Erfindung zugeordnet sind, werden für den Fachmann aus der vorliegenden Beschreibung ersichtlich und in Verbindung mit der Zeichnung, in welcher das gegenwärtige bevorzugte Ausführungsbeispiel der Erfindung beispielhaft dargestellt ist, noch besser verständlich. Es wird jedoch ausdrücklich darauf hingewiesen, daß die Zeichnung und die dieser zugeordnete Beschreibung lediglich zum Zweck der Erläuterung und Beschreibung vorgesehen und nicht als Einschränkung der Erfindung anzusehen sind.

Beschreibung der Zeichnung

Fig. 1 verkörpert die schematische Wiedergabe der erfindungsgemäßen Reaktionsapparatur. Der Reaktor 10 dient vornehmlich zur Aufnahme und Durchmischung sowie Bevorratung der Reaktanden bzw. Edukte und ist mit Vorrichtungen 11 zum Durchmischen der Reaktionsmischung sowie zur Bestimmung der Temperatur oder ggf. anderer charakteristischer Eigenschaften der Reaktionsmischung 12 oder zum Einleiten von Inertgas 13 versehen. Je nach den Erfordernissen, welche die jeweiligen Reaktionstypen notwendig machen, kann der Reaktor 10 weiterhin mit Vorrichtungen zum Zudosieren einzelner Komponenten — wie z. B. einen Tropftrichter 14 — sowie mit Vorrichtungen zum Kondensieren (Kühler) 15 oder zum Kühlen bzw. Erwärmen der Reaktionsmischung 16 im Reaktor versehen sein. Aus dem Reaktor 10 wird die Reaktionsmischung der Pumpe 30 zugeleitet. Die Zuleitung 20 ist mit einer Vorrichtung zum Wärmeaustausch 21 sowie Vorrichtungen, welche die Entnahme von Reaktionslösung 22 bzw. das Zufügen von Reaktanden 23 ermöglichen und ggf. Vorrichtungen zum Bestimmen der Temperatur 24, oder anderer Vorrichtungen zum Erfassen von weiteren charakteristischen Eigenschaften des Reaktionsgemisches, versehen.

Die Reaktionslösung wird mittels einer Pumpe 30 — z. B. einer Dosierpumpe 30 — über den Pulsations-

dämpfer 31 und die Zuleitung 32 der Durchflußzelle 40 zugeführt, in welcher sich die Ultraschallquelle 41 befindet und in welcher die Beschallung durchgeführt wird.

Nach dem Passieren der Durchflußzelle 40 wird die Reaktionslösung über die Zuleitung 42 wieder dem Reaktor 10 zugeführt, wobei nach dem Austritt aus der Durchflußzelle 40 Vorrichtungen zum Bestimmen der Temperatur 43 oder anderer charakteristischer Eigenschaften der Reaktionsmischung der Reaktionslösung sowie Vorrichtungen zum Wärmeaustausch 44 vorgesehen sein können.

Nach dem Zuführen in den Reaktor 10 kann die Reaktionslösung ggf. mit neuen Reaktanden vermischt werden und der Durchflußzelle 40 und somit der Ultraschallquelle 41 auf dem beschriebenen Weg erneut zugeführt werden.

Bezugszeichenliste

- 10 Reaktor
- 11 Vorrichtung zum Durchmischen
- 12 Vorrichtung zum Bestimmen der Temperatur
- 13 Vorrichtung zum Einleiten von Inertgas
- 14 Tropftrichter
- 15 Kühler
- 16 Vorrichtung(en) zum Kühlen oder Erwärmen des Reaktionsinhaltes
- 20 Zuleitung
- 21 Vorrichtung zum Wärmeaustausch
- 22 Vorrichtung zur Entnahme von Reaktionslösung
- 23 Vorrichtung zum Zufügen von Reaktanden
- 24 Vorrichtung zum Bestimmen der Temperatur
- 30 Pumpe
- 31 Pulsationsdämpfer
- 32 Zuleitung
- 40 Durchflußzelle
- 41 Ultraschallquelle
- 42 Zuleitung
- 43 Vorrichtung zum Bestimmen der Temperatur
- 44 Vorrichtung zum Wärmeaustausch.

Die Arbeitsweise der oben beschriebenen Apparatur wird an der nachfolgend beschriebenen Reformatzky-Reaktion erläutert, ohne die Anwendungsbreite auf diese Reaktion bzw. diesen Reaktionstyp einzuschränken.

Beispiel 1

Herstellung von 3-Hydroxyhexansäureethylester

Nach dem Spülen der Apparatur mit Inertgas werden 600 ml Dioxan im Reaktor vorgelegt und nach Inbetriebnahme der Dosierpumpe (Typ: Prominent exotronic Typ BX Li/0267 T/671/h mit Pulsationsdämpfer und Druckanzeige) unter Rühren mit 114,3 g Zinkstaub versetzt. Nach der Inbetriebnahme des Ultraschallgenerators (Typ: Branson Sonifier 250 mit Durchflußzelle ohne Keramikscheibe) werden bei einer Leistungsanzeige von 72% über einen Tropftrichter mit Druckausgleich ca. ein Drittel einer Mischung aus 64,9 g Butyraldehyd und 185,0 g Bromessigsäureethylester innerhalb eines Zeitraumes von ca. 5 Minuten zugetropt. Nach einer Beschallungszeit von ca. 10 Minuten springt die Reaktion an, wobei die Reaktionstemperatur bzw. Wärmeaustauschers in der Reaktionszelle von 45°C auf 70°C und im Reaktor von 33°C auf 40°C steigt (Inbetriebnahme des Kühlers). Nach Intensivierung der Kühlung wird die restliche Mischung aus Butyraldehyd und Bromessigs-

äureethylester mit Zutropfgeschwindigkeit von 5 ml pro Minute zugefügt. Dabei wird die Leistungsabgabe der Ultraschallquelle konstant in einem Bereich von 50 bis 55% gehalten und die Leistung der Dosierpumpe auf einen Wert von 10 l pro Stunde eingestellt. Die Kühlung wird so einreguliert, daß die Temperatur in der Zelle in einem Bereich von ca. 40°C bis 50°C und diejenige im Reaktor in einem Intervall von ca. 30°C bis ca. 40°C liegt.

Nach vollständiger Zugabe des Butyraldehyd/Bromessigsäureethylester-Gemisches wird die Reaktionsmischung über einen Zeitraum von ca. 15 Minuten beschallt.

Nach dem Absinken der Zelltemperatur (Ende der Reaktion) läßt man die resultierende Reaktions suspension im Reaktor auf eine Temperatur von ca. 25°C abkühlen.

Anschließend wird die Mischung aus dem Reaktor entfernt. Die Reaktionsapparatur wird mit 200 ml Diöxan gespült. Die vereinigten Mischungen werden langsam unter Rühren in eine Mischung aus ca. 700 g Eis und 500 ml 45gew.-%ige Natronlauge gegossen. Anschließend fügt man der Hydrolysemischung ca. 400 ml Methyl-tert.-butylether zu und rührt ca. 5 Minuten nach. Das Reaktionsgemisch wird über eine mit einem K2-Seitzfilter und Clarcel belegte Nutsche abgesaugt.

Das Filtermaterial wird mit 100 ml Methyl-tert.-butylether gewaschen. Aus den vereinigten Filtraten wird die organische Phase separiert. Die wässrige Phase wird mit 300 ml Methyl-tert.-butylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit Wasser neutral gewaschen. Die vereinigten wässrigen Phasen werden mit 200 ml Methyl-tert.-butylether ausgeschüttelt. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 150 g Calciumchlorid getrocknet und nach dem Abfiltrieren des Trockenmittels bei einer Temperatur im Bereich von 25°C bis 70°C i. Vak. eingengt. Man erhält 114 g (79,1% d. Th. bezogen auf Butyraldehyd) des 3-Hydroxyhexansäureethylesters mit einem Brechungsindex $n_D^{25} = 1,4283$ (GC: 95%ig).

Patentansprüche

1. Verfahren zur Durchführung sonochemischer Reaktionen, dadurch gekennzeichnet, daß eine die Reaktanden enthaltende Reaktionsmischung bzw. -lösung kontinuierlich an einer schallwellenemittierenden Quelle vorbeigeführt und beschallt wird.
2. Vorrichtung zur Durchführung sonochemischer Reaktionen, dadurch gekennzeichnet, daß sie im wesentlichen aus mindestens einer Ultraschallquelle und mindestens einer Vorrichtung zum Vorbeiführen der Reaktionsmischung bzw. -lösung an der Ultraschallquelle aufgebaut wird und gegebenenfalls weitere Vorrichtungen zum Erfassen von Eigenschaften der Reaktionsmischung und/oder Behandeln der Reaktionsmischung aufweist.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

Fig.1

Ultraschallapparatur (Schlaufenreaktor)

